## (12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

# (19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle

Bureau international





(43) Date de la publication internationale 20 octobre 2005 (20.10.2005)

**PCT** 

# (10) Numéro de publication internationale WO 2005/098070 A2

- (51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup>: C22C 38/22, 38/26, 38/60, C23C 8/22, 8/32
- (21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2005/000684

- (22) Date de dépôt international : 21 mars 2005 (21.03.2005)
- (25) Langue de dépôt :

françai

(26) Langue de publication :

français

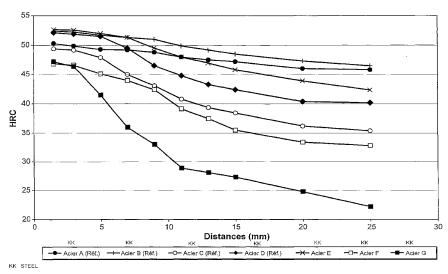
- (30) Données relatives à la priorité : 04 03038 24 mars 2004 (24.03.2004) FR
- (71) **Déposant** (pour tous les États désignés sauf US) : AS-COMETAL [FR/FR]; Immeuble le Colisée, 10, avenue de l'Arche, Faubourg de l'Arche, F-92400 COURBEVOIE (FR).

- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement): DAGUIER, Pascal [FR/FR]; 7, rue du Haut de Molleux, F-57685 AUGNY (FR). DIERICKX, Pierre [FR/FR]; 82, rue de Meilbourg, F-57100 THIONVILLE-GARCHE (FR). PICHARD, Claude [FR/FR]; 9, rue des Cygnes, F-57300 HAGONDANGE (FR).
- (74) Mandataires: NEYRET, Daniel etc.; CABINET LAVOIX, 2, place d'Estienne d'Orves, F-75441 PARIS CEDEX 09 (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: STEEL FOR MECHANICAL PARTS, METHOD FOR PRODUCING MECHANICAL PARTS FROM SAID STEEL AND THE THUS OBTAINABLE MECHANICAL PARTS

(54) Titre : ACIER POUR PIECES MECANIQUES, PROCEDE DE FABRICATION DE PIECES MECANIQUES L'UTILISANT ET PIECES MECANIQUES AINSI REALISEES



(57) Abstract: The inventive steel for mechanical parts is characterised by the composition thereof expressed in the following percentages by weight: 0.19% = C = 0.25%; 1.1% = Mn = 1.5%; 0.8% = Si = 1.,2%; 0.01% = S = 0.09%; traces = P = 0.025%; P = 0.025%; P = 0.025%; P = 0.025%; traces = P = 0.025%; traces = P = 0.025%; P = 0.025%; P = 0.025%; P = 0.025%; traces = P = 0.025%; P = 0.025%; P = 0.025%; traces = P

# WO 2005/098070 A2

MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO,

SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

#### Publiée:

 sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) Abrégé : Acier pour pièces mécaniques, caractérisé en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux :  $-0.19\% \le C \le 0.25\%$ ;  $-1.1\% \le Mn \le 1.5\%$ ;  $-0.8\% \le Si \le 1.2\%$ ;  $-0.01\% \le S \le 0.09\%$ ; - traces  $\le P \le 0.025\%$ ; - traces  $\le Ni \le 0.25\%$ ;  $-1\% \le Cr \le 1.4\%$ ;  $-0.10\% \le Mo \le 0.25\%$ ; - traces  $\le Cu \le 0.30\%$ ;  $-0.01\% \le Al \le 0.045\%$ ;  $-0.010\% \le Nb \le 0.045\%$ ;  $-0.0130\% \le N \le 0.0300\%$ ; - optionnellement traces  $\le Bi \le 0.10\%$  et/ou traces  $\le Pb \le 0.12\%$  et/ou traces  $\le Te \le 0.015\%$  et/ou traces  $\le Se \le 0.030\%$  et/ou traces  $\le Ca \le 0.0050\%$ ; le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, la composition chimique étant ajustée pour que les valeurs moyennes  $J_{3m}$ ,  $J_{11m}$ ,  $J_{15m}$  et  $J_{25m}$  de cinq essais Jominy soient telles que:  $\alpha = |J_{11m} - J_{3m} \times 14/22 - J_{25m} \times 8/22 | \le 2.5$  HRC; et  $\beta = J_{3m} - J_{15m} \le 9$  HRC. Procédé de fabrication d'une pièce mécanique utilisant cet acier, et pièce mécanique ainsi obtenue.

# Acier pour pièces mécaniques, procédé de fabrication de pièces mécaniques l'utilisant et pièces mécaniques ainsi réalisées

L'invention concerne le domaine de la sidérurgie, et plus particulièrement les aciers pour pièces mécaniques telles que des pignons.

Les aciers pour pignonnerie doivent avoir une grande résistance à la fatigue de contact. La plupart du temps, les pièces usinées à partir de ces aciers subissent un traitement de cémentation ou de carbonitruration, visant à leur procurer une dureté superficielle et une résistance mécanique suffisantes, tout en leur conservant une bonne ténacité à cœur grâce, notamment, à une teneur en carbone de l'ordre de 0,10 à 0,30% seulement. La teneur en carbone de la couche cémentée peut aller jusqu'à 1% environ.

5

10

15

20

25

30

Divers documents décrivent des aciers de pignonnerie destinés à être cémentés. On peut citer US-A-5 518 685, dans lequel les teneurs en Si et Mn sont maintenues dans des limites relativement basses (0,45 à 1% et 0,40 à 0,70% respectivement) pour éviter une oxydation intergranulaire lors de la cémentation. JP-A-4-21757 décrit des aciers pour pignonnerie destinés à être cémentés par plasma ou sous pression réduite, puis grenaillés, pouvant avoir des teneurs en Si et Mn plus élevées que les précédents. Ils ont une haute résistance à la pression superficielle subie par le pignon, dont la durée de vie est ainsi élevée.

WO-A-03 012 156 propose un acier pour pièces mécaniques, telles que des pignons, dont la composition est :  $0.12\% \le C \le 0.30\%$ ;  $0.8\% \le Si \le 1.5\%$ ;  $1.0\% \le Mn \le 1.6\%$ ;  $0.4\% \le Cr \le 1.6\%$ ; 0.30%; 0.

Habituellement, la cémentation ou la carbonitruration a lieu à une température de l'ordre de 850 à 930°C. Cependant, la tendance actuelle est de chercher à effectuer cette opération à des températures plus élevées (cémentation ou carbonitruration à haute température), de l'ordre de 950 à

WO 2005/098070 PCT/FR2005/000684 2

1050°C. Cette augmentation de la température de traitement permet soit de réduire la durée du traitement, à profondeur cémentée égale, soit d'augmenter la profondeur cémentée, à durée de traitement égale. Au choix du producteur, on peut ainsi augmenter la productivité de l'installation, ou augmenter les performances des produits obtenus.

Cependant, l'application d'une cémentation ou carbonitruration haute température aux aciers connus qui ont été décrits pose plusieurs problèmes. En premier lieu, la température élevée peut conduire à une croissance des grains mal maîtrisée, néfaste pour les propriétés mécaniques de la pièce. D'autre part, la cémentation ou la carbonitruration est suivie d'une trempe au cours de laquelle la pièce subit des déformations. Celles-ci peuvent nécessiter une reprise d'usinage de la pièce, voire dans les cas les plus graves, entraîner sa mise au rebut. Ces problèmes sont accentués lorsque la trempe a lieu sur une pièce venant de subir une cémentation ou une carbonitruration à haute température et non à une température plus habituelle.

Le but de l'invention est de proposer aux métallurgistes pratiquant la cémentation ou la carbonitruration à haute température de pièces mécaniques, notamment des pignons, un acier répondant aux problèmes précédemment cités tout en conservant les propriétés mécaniques requises, et qui soit également compatible avec les opérations de cémentation et carbonitruration effectuées à des températures plus habituelles.

A cet effet, l'invention a pour objet un acier pour pièces mécaniques, caractérisé en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux :

```
-0.19\% \le C \le 0.25\%;
-1.1\% \le Mn \le 1.5\%;
-0.8\% \le Si \le 1.2\%;
-0.01\% \le S \le 0.09\%;
-traces \le P \le 0.025\%;
-traces \le Ni \le 0.25\%;
-1\% \le Cr \le 1.4\%;
-0.10\% \le Mo \le 0.25\%;
-traces \le Cu \le 0.30\%;
-0.010\% \le Al \le 0.045\%;
-0.010\% \le Nb \le 0.045\%;
```

5

10

15

20

10

25

```
-0.0130\% \le N \le 0.0300\%;
```

- optionnellement traces  $\leq$  Bi  $\leq$  0,10% et/ou traces  $\leq$ Pb  $\leq$  0,12% et/ou traces  $\leq$  Te  $\leq$  0,015% et/ou traces  $\leq$  Se  $\leq$  0,030% et/ou traces  $\leq$  Ca  $\leq$  0,0050%;

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, la composition chimique étant ajustée pour que les valeurs moyennes J<sub>3m</sub>, J<sub>11m</sub>, J<sub>15m</sub> et J<sub>25m</sub> de cinq essais Jominy soient telles que :

$$\alpha = |J_{11m} - J_{3m} \times 14/22 - J_{25m} \times 8/22| \le 2,5 \text{ HRC}$$
; et   
  $\beta = J_{3m} - J_{15m} \le 9 \text{ HRC}$ .

De préférence, sa composition est ajustée pour que

$$\beta = J_{3m} - J_{15m} \le 8$$
 HRC.

De préférence, sa composition est :

```
-0.19\% \leq C \leq 0.25\%;
-1.2\% \leq Mn \leq 1.5\%;
-0.85\% \leq Si \leq 1.2\%;
-0.01\% \leq S \leq 0.09\%;
-traces \leq P \leq 0.025\%;
-0.08\% \leq Ni \leq 0.25\%;
-1.1\% \leq Cr \leq 1.4\%;
-0.10\% \leq Mo \leq 0.25\%;
-0.06\% \leq Cu \leq 0.30\%;
-0.010\% \leq Al \leq 0.045\%;
-0.015\% \leq Nb \leq 0.045\%;
-0.0130\% \leq N \leq 0.0300\%;
```

optionnellement traces  $\leq$  Bi  $\leq$  0,07% et/ou traces  $\leq$  Pb  $\leq$  0,12% et/ou traces  $\leq$  Te  $\leq$  0,010% et/ou traces  $\leq$  Se  $\leq$  0,020% et/ou traces  $\leq$  Ca  $\leq$  0,045%, le reste étant du fer et les impuretés résultant de l'élaboration.

Optimalement, sa composition est :

```
-0.20\% \le C \le 0.25\%;
-1.21\% \le Mn \le 1.45\%;
-0.85\% \le Si \le 1.10\%;
-0.01\% \le S \le 0.08\%;
-traces \le P \le 0.020\%;
-0.08\% \le Ni \le 0.20\%;
```

```
-1,10\% \le Cr \le 1,40\%;
-0,11\% \le Mo \le 0,25\%;
-0,08\% \le Cu \le 0,30\%;
-0,010\% \le Al \le 0,035\%;
-0,025\% \le Nb \le 0,040\%;
-0,0130\% \le N \le 0,0220\%;
```

10

15

20

25

30

optionnellement traces  $\leq$  Bi  $\leq$  0,07% et/ou traces  $\leq$  Pb  $\leq$  0,12% et/ou traces  $\leq$  Te  $\leq$  0,010% et/ou traces  $\leq$  Se  $\leq$  0,020% et/ou traces  $\leq$  Ca  $\leq$  0,045%, le reste étant du fer et les impuretés résultant de l'élaboration.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'une pièce mécanique en acier cémentée ou carbonitrurée, caractérisé en ce qu'on utilise à cet effet un acier du type précédent sur lequel on réalise un usinage, une cémentation ou une carbonitruration puis une trempe.

De préférence, ladite cémentation ou carbonitruration a lieu à une température de 950 à 1050°C.

L'invention a également pour objet une pièce mécanique en acier, telle qu'une pièce de pignonnerie, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par le procédé précédent.

Comme on l'aura compris, l'invention repose sur un ajustement précis des fourchettes de teneurs des principaux éléments d'alliages, a însi que sur la présence simultanée, dans des teneurs bien définies, d'aluminium, niobium et azote.

Les effets recherchés sont essentiellement de deux ordres.

En premier lieu, le choix des teneurs en les principaux éléments d'alliage vise à obtenir une courbe Jominy sans point d'inflexion significativement marqué. Cette condition permet d'obtenir des déformations minimales au cours de la trempe. De ce point de vue, la cémentation ou la carbonitruration effectuée à haute température est, comme on l'a dit, particulièrement exigeante.

On rappelle que la courbe Jominy d'un acier, qui est obtenue au moyen d'un essai classique et normalisé, caractérise la trempabilité de l'acier. Elle est obtenue en mesurant la dureté d'une éprouvette cylindrique, trempée par un jet d'eau arrosant l'une de ses extrémités, le long d'une de ses génératrices. La dureté est mesurée à plusieurs distances x (en mm) de l'extrémité arrosée, et

WO 2005/098070 PCT/FR2005/000684 5

la valeur correspondante est désignée par  $J_x$ . On appelle  $J_{xm}$  la valeur moyenne obtenue au cours de cinq essais de mesure de la dureté à la distance x.

Comme exposé dans le document EP-A-0 890 653 auquel le lecteur est invité à se reporter pour de plus amples détails, la demanderesse avait montré qu'une composition de l'acier procurant une courbe Jominy sans point d'inflexion était favorable à l'obtention de déformations très réduites au cours de la trempe suivant une cémentation ou une carbonitruration. Cette courbe Jominy sans point d'inflexion est obtenue lorsque les valeurs  $J_{11m}$ ,  $J_{3m}$ ,  $J_{25m}$  et  $J_{15m}$  satisfont les relations suivantes :

- $\alpha = |J_{11m} J_{3m} \times 14/22 J_{25m} \times 8/22| \le 2,5 \text{ HRC}$ ;
- $\beta = J_{3m} J_{15m} \le 9$  HRC, ou mieux ≤ 8 HRC.

10

15

20

25

30

La composition de l'acier selon la présente invention est donc ajustée pour que cette relation soit également obtenue dans son cas.

La composition est également ajustée, notamment grâce à la présence conjointe d'aluminium, niobium et azote dans des teneurs définies, pour que la taille des grains demeure contrôlée, même lorsque la cémentation ou la carbonitruration a lieu à haute température.

Enfin, bien entendu, la composition de l'acier doit procurer les propriétés mécaniques recherchées pour l'utilisation de la pièce. Parmi les critères à surveiller plus particulièrement on peut citer la profondeur cémentée (classiquement définie par la profondeur à laquelle la dureté mesurée est de 550 HV), l'écart de dureté entre la surface et le cœur de la pièce cémentée qui doit être le plus faible possible pour minimiser les déformations à la trempe, et la dureté à cœur qui doit être élevée pour que la pièce ait une bonne réponse aux contraintes en service, et donc une bonne tenue en endurance et en fatigue.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit, donnée en référence à la figure annexée, qui montre les courbes Jominy de quatre aciers de référence et de trois aciers conformes à l'invention.

L'acier selon l'invention est destiné prioritairement à la fabrication de pièces mécaniques fortement sollicitées telles que des éléments de pignonnerie, destinées à être cémentées ou carbonitrurées (de préférence à basse pression ou sous atmosphère non oxydante pour éviter une oxydation des éléments les plus oxydables), aussi bien à des températures usuelles de

850-930°C environ qu'à des hautes températures de l'ordre de 950-1050°C. Ces pièces doivent présenter une haute endurance en fatigue, une bonne ténacité et n'être que faiblement déformées lors des traitements thermiques tels que la trempe suivant la cémentation ou la carbonitruration. Il a la composition suivante (tous les pourcentages sont des pourcentages pondéraux).

5

10

15

20

25

30

Sa teneur en carbone est comprise entre 0,19 et 0,25%. ces teneurs sont usuelles pour des aciers de pignonnerie. D'autre part, cette plage autorise un ajustement des teneurs des autres éléments qui permet d'obtenir la forme désirée pour la courbe Jominy. La teneur minimale de 0,19% est, de plus, justifiée par la dureté à cœur après trempe qu'elle permet d'obtenir. Au-delà de 0,25%, la dureté risque d'être trop élevée pour conserver à l'acier l'usinabilité souhaitable. La gamme préférentie le est 0,20-0,25%.

Sa teneur en manganèse est comprise entre 1,1 et 1,5%. La valeur minimale est justifiée par l'obtention de la courbe Jominy désirée en conjonction avec les teneurs des autres éléments. Au-delà de 1,5% il y a le risque d'apparition de ségrégations, et aussi de structures de bandes pendant les recuits. De plus une teneur au ssi élevée provoquerait lors de l'élaboration une attaque excessive du revêtennent réfractaire de la poche d'aciérie. Il ne serait pas souhaitable de resserrer davantage cette gamme de teneurs, car l'obtention à l'aciérie de la nuance précise désirée pourrait être exagérément difficile. La gamme préférentielle est 1,2-1,5%, mieux 1,21-1,45%.

Sa teneur en silicium est comprise entre 0,8 et 1,2%. Dans cette gamme, la forme désirée de la cou rbe Jominy peut être obtenue en conjonction avec les teneurs des autres éléments. La valeur minimale de 0,8% est justifiée par l'obtention de la dureté à cœur désirée, ainsi que par la limitation de l'écart de dureté entre surface et cœur ap rès cémentation ou carbonitruration. Au-delà de 1,2%, il y a un risque d'app arition de ségrégations excessives, car le silicium, s'il ségrège peu lui-même, tend à accentuer la ségrégation d'autres éléments. Il y aurait également un risque accru d'oxydation lors de la cémentation ou de la carbonitruration. La gamme préférentielle est 0,85-1,20%, mieux 0,85-1,10%.

Sa teneur en soufre est comprise entre 0,01 et 0,09%. la valeur minimale se justifie pour l'obtention d'une usinabilité correcte. Au-delà de

0,09% il y a un risque de diminution trop sensible de la forgeabilité à chaud. La gamme préférentielle est 0,01-0,08%.

Sa teneur en phosphore est comp rise entre des traces et 0,025%. De manière générale, les normes en vigueur tendent à requérir une teneur maximale en phosphore de cet ordre. De p lus, au-delà de cette valeur, il y a un risque de synergie avec le niobium provoquant une fragilisation de l'acier lors de la mise en forme à chaud et/ou de la coulée continue de l'acier sous forme de blooms ou de billettes. De préférence, la teneur en phosphore est d'au plus 0,020%.

Sa teneur en nickel est comprise entre des traces et 0,25%. Cet élément, introduit volontairement à des teneurs plus élevées, augmenterait inutilement le coût du métal. Dans la pratique, on pourra se contenter de la teneur en nickel résultant naturellement de la fusion des matières premières de la coulée, sans ajout volontaire. La gamme préférentielle est 0,08-0,20%.

10

15

20

25

30

Sa teneur en chrome est comprise entre 1,00 et 1,40%. Dans cette gamme, en conjonction avec les teneurs des autres éléments, on peut obtenir la forme de la courbe Jominy désirée. De plus, la teneur minimale de 1,00% permet d'obtenir une bonne dureté à cœur. Au-delà de 1,40%, on augmenterait inutilement le coût de l'élaboration. La gamme préférentielle est 1,10-1,40%.

Sa teneur en molybdène est comp**r**ise entre 0,10 et 0,25%. Dans cette gamme, en conjonction avec les teneurs des autres éléments, on obtient la forme de la courbe Jominy et la dureté à cœur désirées. La gamme préférentielle est 0,11-0,25%.

Sa teneur en cuivre est comprise e ntre des traces et 0,30%. Là encore, comme pour le nickel, on conservera géné ralement purement et simplement la teneur obtenue après fusion des matières premières. Au-delà de 0,30%, on dégraderait la ductilité et la ténacité à cœur de la pièce. La gamme préférentielle est 0,06-0,30%, mieux 0,08-0,30%, de manière à optimiser la forme de la courbe Jominy et la dureté après trempe.

Ses teneurs en aluminium, niobium et azote doivent être contrôlées dans des limites précises. En effet, ce sont des éléments qui, en interaction, procurent un contrôle de la finesse du grain du métal. Cette finesse est désirable pour l'obtention d'une bonne ténacité dans la couche cémentée ou carbonitrurée, d'une bonne tenue en fatigue et d'une réduction de la dispersion

de la déformation lors de la trempe. De plus, elle a aussi son importance dans l'obtention de la forme désirée de la courbe Jominy. Le contrôle de la taille du grain est, dans le cadre de l'invention, d'autant plus important que l'acier doit être capable de subir une cémentation ou carbonitruration à haute température sans que survienne une croissance excessive de la taille du grain.

5

10

15

20

25

30

Ce contrôle du grain se fait essentiellement par la précipitation de nitrures et carbonitrures d'aluminium et/ou de niobīum. Pour l'obtenir, il faut donc une présence significative de ces deux éléments, ainsi que d'azote à une teneur sensiblement supérieure à celle que l'on obtient habituellement à la suite d'une élaboration effectuée dans des conditions normales.

La teneur en aluminium doit être comprise entre 0,010 et 0,045%. Outre sa fonction de contrôle du grain déjà citée, cet élément pilote la désoxydation de l'acier et sa propreté en termes d'inclusions d'oxydes. Endessous de 0,010%, ses effets, de ces derniers points de vue, seraient insuffisants. Au-dessus de 0,045%, la propreté en inclusions d'oxydes risque d'être insuffisante pour les applications visées prioritairement. La gamme préférentielle est 0,010-0,035%.

La teneur en niobium doit être comprise en tre 0,010 et 0,045%. Endessous de 0,010% l'effet de contrôle du grain ne serait pas suffisant, en particulier pour les plus basses teneurs en aluminium. Au-dessus de 0,045%, il y a un risque d'apparition de criques lors de la coulée continue de l'acier, notamment si une synergie avec le phosphore peut se produire, comme on l'a signalé plus haut. La gamme préférentielle est 0,015-0,045%, mieux 0,015-0,040%.

En conjonction avec les teneurs en aluminium et niobium telles qu'elles ont été citées, la teneur en azote doit être comprise entre 0,0130 et 0,0300% (130 à 300 ppm), afin que l'ajustement de la taille du grain et la forme de la courbe Jominy désirés soient obtenus. La gamme préférentielle est 0,0130-0,0220%.

Si cela apparaît désirable, on peut ajouter à **l**'acier un ou plusieurs des éléments classiquement connus pour améliorer son usinabilité : plomb, tellure, sélénium, calcium, bismuth notamment. Leurs teneu rs maximales sont 0,10%, mieux 0,07%, pour Bi, 0,12% pour Pb, 0,015%, mieux 0,010%, pour Te, 0,030%, mieux 0,020%, pour Se et 0,0050%, mieux **O**,0045%, pour Ca.

Les autres éléments sont ceux habituellem ent présents dans l'acier en tant qu'impuretés résultant de l'élaboration, et ne sont pas rajoutés volontairement. Il faut, en particulier, veiller à ce que la teneur en titane ne dépasse pas 0,005%. En effet, comme l'acier selon l'invention est très riche en azote, au-delà de cette teneur il y aurait un risque de formation de nitrures et/ou de carbonitrures de titane grossiers, visibles par micrographie, qui diminueraient la tenue en fatigue et altèreraient l'usinabilité. De plus le titane capterait ainsi de l'azote qui ne serait plus disponible pour le contrôle du grain.

L'invention va être à présent illustrée au moyen d'exemples. La figure annexée montre les courbes Jominy de quatre a ciers dont les compositions sont données dans le tableau 1. Les aciers A, B, C et D sont des aciers de référence. Les aciers E, F et G sont, eux, conformes à l'invention.

									T				
Acier	С%	Mn%	Si%	s%	P%	Ni%	Cr%	Mo%	Cu%	AI%	Ti%	Nb%	N%_
Α	0,236	0,888	0,224	0,015	0,011	0,011	1,194	0,014	0,010	0,021	traces	traces	0,012
(ref.)					-								<del> </del>
В	0,195	1,188	0,069	0,023	0,012	0,208	1,228	0,096	0,162	0,021	traces	0,030	0,017!
(ref.)													<u></u>
С	0,192	1,205	0,845	0,029	0,014	0,080	0,995	0,099	0,110	0,025	traces	0,011	0,011
(ref.)													
D	0,245	1,215	0,840	0,035	0,012	0,085	0,980	0,103	0,098	0,035	traces	0,012	0,009
(ref.)													
Ш	0,230	1,287	0,920	0,018	0,017	0,201	1,269	0,200	0,211	0,032	traces	0,025	0,017
(inv.)													
F	0,201	1,453	1,191	0,041	0,014	0,139	1,381	0,246	0,122	0,031	0,002	0,038	0,024
(inv.)													
G	0,241	1,254	0,852	0,015	0,010	0,189	1,121	0,111	0,109	0,012	traces	0,016	0,014
(inv.)													

Tableau 1 : Compositions des échantillons

15

10

Dans le cas de l'échantillon A, la grandeur α telle que définie plus haut est égale à 8,7, et la grandeur β telle que définie plus haut est égale à 19,1. Elles se situent donc très au-dessus du maximum exigé par l'invention. De fait, on voit que la courbe Jominy présente un point d'in flexion très marqué.

Dans le cas de l'échantillon B,  $\alpha$  est égale à 2,38 et  $\beta$  est égale à 11,1.  $\beta$  n'est donc pas conforme aux exigences de l'invention, et la courbe Jominy présente elle aussi un point d'inflexion significatif, bien que ce t acier contienne du niobium et de l'azote dans les limites prescrites. La raison essentielle en est que sa teneur en silicium est insuffisante.

5

10

15

20

25

30

Dans le cas de l'échantillon C,  $\alpha$  est égale à 3,38 et  $\beta$  est égale à 10,7. Ni  $\alpha$ , ni  $\beta$  ne sont dans les limites prescrites, et la courbe Jonniny présente un point d'inflexion marqué. Cr et Mo sont juste en dessous des valeurs minimales exigées, et surtout la teneur en azote est insuffisante.

Dans le cas de l'échantillon D,  $\alpha$  est égale à 2,845 et  $\beta$  est égale à 9,5, ce qui là encore est en dehors des limites prescrites. Le courbe Jominy présente un point d'inflexion marqué, en raison de teneurs en Cr et azote insuffisantes.

En revanche, pour l'échantillon E selon l'invention  $\alpha$  est égale à 0,41 et  $\beta$  est égale à 2,7. Les conditions requises sont satisfaites et on voit que la courbe Jominy est quasiment rectiligne et dépourvue de point d'inflexion.

De même, pour l'échantillon F selon l'invention, α est égale à 0,23 et β est égale à 3,7. Là encore, sa courbe Jominy est quasiment rectiligne et dépourvue de point d'inflexion.

De même, pour l'échantillon G selon l'invention,  $\alpha$  est égale à 0,83 et  $\beta$  est égale à 6,6. Sa courbe Jominy est quasiment rectiligne  $\bullet$ t dépourvue de point d'inflexion marqué.

On a également étudié le comportement à la cémentation des aciers A, B et E du tableau 1, dans des conditions de température usuelles et à haute température.

Des cémentations à température usuelle (930°C) ont été réalisées sous basse pression dans des conditions similaires sur des échantillons cylindriques pour conférer à la surface cémentée une teneur en carbone de 0,75%. Ces cémentations ont été suivies de trempes en milieu gazeux (en l'occurrence dans de l'azote, mais un mélange azote-hydrogène à 10% d'hydrogène aurait, par exemple, pu être utilisé) dans deux conditions de pression différentes : 5 bars et 20 bars. On visait ainsi à obtenir une dureté superficielle de 700 à 800 HV et une profondeur cémentée (à savoir la profondeur à laqui elle la dureté est

de 550 HV) de 0,50 mm. Les résultats sont donnés dans le tableau 2 (essais à 5 bars) et dans le tableau 3 (essais à 20 bars).

Acier	Dureté HV en	Profondeur cémentée	Dureté HV à cœur hors zone		
	surface	(mm)	cémentée		
Α	760	0,35	263		
(ref.)					
В	760	0,50	408		
(ref.)					
Е	780	0,48	426		
(inv.)					

5

10

15

Tableau 2: Comportement à la cémentation dans le cas d'une tre mpe en milieux gazeux à 5 bars

		,			
Acier	Dureté HV en	Profondeur cémentée	Dureté HV à cœur hors zone		
	surface	(mm)	cémentée		
Α	780	0,45	318		
(ref.)					
В	720	0,55	423		
(ref.)					
С	738	0,53	408		
(ref.)					
Е	750	0,55	524		
(inv.)					

Tableau 3: Comportement à la cémentation dans le cas d'une tr⇔mpe en milieux gazeux à 20 bars

Ces essais montrent que l'acier de référence A ne permet pas d'atteindre aisément la profondeur cémentée recherchée. Cela est dû à son manque de trempabilité.

Les aciers de référence B et C et l'acier selon l'invention E perm ettent tous trois d'obtenir la profondeur cémentée visée, dans des conditions de température de cémentation usuelles.

L'écart ΔHV entre la dureté superficielle et la dureté à cœur est très comparable, pour un milieu de trempe à 5 bars, dans les cas de l'acier de référence B et de l'acier selon l'invention E (ΔHV = respectivement 352 et 354), et très inférieur à ce qu'il est pour l'acier de référence A (ΔHV = 497). Pour un milieu de trempe à 20 bars, en revanche, ΔHV est nettement moins favorable pour les aciers de référence B et C que pour l'acier de l'invention E (ΔHV = respectivement 297, 330 et 226). Il en résulte que les contraintes résiduelles générées par ces écarts de dureté, qui sont à l'origine des déformations lors de la trempe dans des conditions sévères sur les pièces cémentées, peuvent êt re minimisées par l'utilisation d'aciers selon l'invention.

10

15

20

25

30

Enfin, les duretés à cœur les plus élevées sont obtenues avec l'acier E selon l'invention. Donc, dans le cas de pièces de pignonnerie fortement sollicitées en service pour lesquelles sont recherchées des caractéristiques mécaniques élevées (notamment des duretés élevées sous la couche cémentée et à cœur), supérieures aux contraintes auxquelles la pièce est soumise en service, de façon à assurer une bonne endurance en fatigue en service, l'acier selon l'invention est celui qui, pour des conditions de cémentation données, se prêtera le mieux à une endurance en fatigue élevée en service.

On a également réalisé des essais de cémentation à hau te température (980°C) sur des échantillons cylindriques des aciers A et D de référence et E selon l'invention décrits précédemment. Là encore la surface cémentée avait une teneur en carbone de 0,75%. Dans les deux cas, on visait une dureté superficielle de 700 à 800 HV et une profondeur cémentée, à dure té de 550 HV, de 0,50 mm. La trempe en milieu gazeux (azote) qui a suivi la cémentation a eu lieu sous une pression de 20 bars pour les aciers A et D et seulement 1,5 bar pour l'acier E. Les résultats sont présentés dans le tableau 4. On y présente aussi des évaluations de la taille de grain selon la norme ASTM.

Dureté HV Profondeur Dureté HV à Taille de grain Taille de grain Acier ASTM hors cœur hors zone ASTM dans cémentée en surface couche cémentée cémentée couche cémentée (mm) 7/9 8/9 312 0,50 740

(ref.)					
D	735	0,59	461	7/8	8/9
(ref.)					
E	740	0,70	500	8/9	9/10
(inv.)					

Tableau 4: Comportement à la cémentation dans le cas d'une trempe en milieux gazeux à 20 bars (aciers A et C) et 1,5 bar (acier E)

Comme dans le cas de la cémentation à température usuelle de 930°C, les deux aciers permettent d'atteindre la dureté superficielle visée.

5

10

15

20

25

L'invention permet d'obtenir une profondeur cémentée sensiblement plus importante que dans le cas de la référence A, bien que celle-ci ait été trempée dans des conditions beaucoup plus sévères qui sont connues pour faire augmenter la profondeur cémentée toutes choses étant égales par ailleurs.

L'écart de dureté entre surface et cœur est nettement plus faible dans le cas de l'invention que dans le cas des références A et D (ΔHV = respectivement 240 pour E, 428 pour A et 274 pour D). Les avantages cités plus haut en matière de déformations lors de la trempe après une cémentation à température usuelle se retrouvent également ici, encore plus accentués.

La dureté à cœur est plus élevée dans le cas de l'invention que dans le cas de la référence, malgré une pression du milieu de trempe beaucoup plus faible. Les conséquences sur l'amélioration de l'endurance en fatigue en service citées plus haut pour la trempe à température usuelle se retrouvent également ici.

Enfin, tant dans la zone cémentée que hors de la zone cémentée, l'acier selon l'invention a une taille de grain ASTM plus fine que les aciers de référence A et D. De ce fait, il est moins sensible aux risques de grossissement du grain lors d'une cémentation à haute température. Ceci est un avantage très significatif, car le grossissement du grain sur pièces cémentées a un effet extrêmement néfaste sur la tenue en fatigue en pied de dent et sur la ténacité des pièces cémentées. Les aciers selon l'invention sont donc parfaitement aptes à être utilisés pour fabriquer des pièces de pignonnerie (ou de toutes autres pièces pour lesquelles des caractéristiques comparables sont exigées)

cémentées ou carbonitrurées à haute température, avec tous les avantages économiques que cela entraîne, sans aucunement sacrifier les performances desdites pièces.

On a également procédé à d'autres essais de cémentation sous basse pression sur l'acier de référence A et sur l'acier E suivant l'invention.

5

10

15

20

25

30

Pour une cémentation sous basse pression effectuée à 930°C sur l'acier A suivie d'une trempe gaz sous 20 bars, il faut 72mn de cémentation pour obtenir la profondeur de cémentation visée de 0,50mm pour HV = 550. Avec l'acier E suivant l'invention, en cémentation basse pression à 930°C suivie d'une trempe gaz (même gaz que pour l'acier A) sous 1,5 bar, 30mn de cémentation sont suffisantes pour obtenir la même profondeur cémentée de 0,50mm pour HV = 550.

Pour une cémentation sous basse pression à haute température à 980°C effectuée sur l'acier A de référence, il faut 30mn de cémentation et une trempe gaz sous 20 bars pour obtenir la profondeur de cémentation visée de 0,50mm pour HV = 550. 20mn de temps de cémentation sous basse pression à 980°C sont suffisantes pour obtenir la même profondeur de cémentation de 0,5mm pour HV = 550 pour l'acier E suivant l'invention et ceci avec une trempe gaz sous une pression de seulement 1,5 bar. Le gaz de trempe utilisé pour les aciers A et E est bien sûr le même.

Ceci montre que l'acier E suivant l'invention permet de réduire les temps de cémentation aussi bien à température de cémentation usuelle (930°C) qu'à haute température (980°C), ce qui permet de réduire les coûts de cémentation (quantité de gaz de cémentation, temps de cémentation,...) et d'augmenter la productivité pour la fabrication des pièces cémentées.

L'acier suivant l'invention grâce à sa trempabilité maitrisée permet aussi de réduire la pression des gaz de trempe pour obtenir une profondeur de cémentation identique, ce qui permet de réduire encore plus ou de supprimer les déformations sur pièces cémentées et d'obtenir des gains et des simplifications sur les technologies de trempe gaz des pièces dans les enceintes des fours de trempe gaz.

On a aussi procédé à la cémentation sous basse pression d'éprouvettes de résilience non entaillées (Dimensions : L = 55mm, section 10x10mm) à haute température (980°C), d'une part sur l'acier A de référence

avant une trempe gaz sous une pression de 20 bars, et d'autre part sur l'acier E selon l'invention mais ici avant une trempe gaz sous une pression de 1,5 bars seulement. Les profondeurs cémentées visées étaient identiques, de même que la nature du gaz de trempe. Les éprouvettes ainsi cémentées et trempées ont été ensuite rompues par choc à température ambiante. Les réultats d'énergie de rupture ainsi obtenus ont été respectivement de :

- 19 Joules pour l'acier A de référence

10

15

20

25

30

- 29 Joules pour l'acier E selon l'invention.

Parallèlement on a cémenté sous basse pression à température usuelle (930°C) des éprouvettes de résilience de l'acier A de référence, pour obtenir la même profondeur cémentée que ci-dessus. Elles ont ensuite été trempées avec le même gaz, sous une pression de 20 bars. Ces éprouvettes ont été rompues comme ci-dessus à température ambiante et l'énergie de rupture ainsi obtenue a été de 17 Joules, soit très sensiblement moins que pour l'acier E selon l'invention cémenté à haute température.

Ceci montre que malgré une dureté à cœur de l'éprouvette de l'acier A de référence (312 HV) plus faible que pour l'acier E selon l'invention (500 HV) la ténacité de l'acier E cémenté à haute température est plus élevée que celle de l'acier A de référence cémenté à haute température ou à température usuelle, pour la même profondeur cémentée finale. En d'autres termes, le fait d'utiliser un acier selon l'invention pour effectuer une cémentation à haute destinée à obtenir une profondeur cémentée donnée, ne pénalise pas, bien au contraire, la ténacité de pièces cémentées réalisées avec cet acier par rapport à l'utilisation d'un acier de référence, cémenté également à haute température ou à température de cémentation usuelle pour obtenir la même profondeur cémentée. L'écart de dureté à cœur entre les 2 aciers n'est pas pénalisant de ce point de vue. Ceci montre également que les aciers selon l'invention sont particulièrement adaptés à la cémentation à haute température, à la fois pour réduire les temps de cémentation, augmenter la productivité et réduire les coûts de cémentation, par rapport aux aciers connus cémentés à température usuelle ou à haute température. Les propriétés d'usage obtenues sur pièces, telles la ténacité, ne sont pas dégradées par rapport aux aciers de référence.

On a aussi procédé dans les conditions déjà précisées à la cémentation sous basse pression à haute température (980°C) d'éprouvettes de fatigue-flexion de l'acier E selon l'invention comportant en leur centre une entaille en U évasée. Elle a été suivie d'une trempe gaz sous pression de 1,5 bars seulement, les profondeurs cémentées visées étant les mêmes, ainsi que la nature du gaz de trempe, que pour les essais sur éprouvettes de résilience. De la même façon on a effectué une cémentation gazeuse à la température usuelle de cémentation de 930°C sur l'acier A selon l'art antérieur, en visant la même profondeur cémentée que ci-dessus, sur des éprouvettes de fatigueflexion identiques à celles de l'acier E. On leur a fait subir après cémentation une trempe à l'huile de façon à augmenter la dureté et la teneur en fatigueflexion de l'acier A. On a ensuite comparé les limites d'endurance des deux lots d'éprouvettes d'acier E et A ainsi cémentées en fatigue-flexion 4 points, l'entaille en U évasée de ces éprouvettes étant centrée au droit de la charge appliquée en fatigue-flexion. Les essais de fatigue-flexion ont été conduits pour chaque acier A et E cémentés et trempés dans les conditions ci-dessus jusqu'à 10 millions de cycles.

10

15

20

25

30

Dans ces conditions, la limite d'endurance à 10 millions de cycles de l'acier E suivant l'invention a été de 1405 MPa, et celle de l'acier A de 1165 MPa seulement.

Cela montre que le fait d'utiliser un acier selon l'invention pour effectuer une cémentation à haute température, destinée à obtenir une profondeur cémentée donnée, ne pénalise pas la tenue en fatigue-flexion, mais au contraire lui est très favorable par rapport à une cémentation conventionnelle effectuée à température de cémentation usuelle sur un acier suivant l'art antérieur cémenté pour la même profondeur, et même trempé à l'huile pour augmenter sa tenue en fatigue-flexion.

Il convient d'ajouter ici que ces essais de fatigue-flexion sont destinés à simuler la tenue en fatigue d'un pied de dent de pignon, engrenage ou pièce de pignonnerie en service dans une boite de vitesse de véhicule automobile. Ceci montre à nouveau que les aciers selon l'invention sont particulièrement adaptés à la cémentation à haute température à la fois pour réduire les temps de cémentation, augmenter la productivité, réduire les coûts de cémentation, par rapport aux aciers connus cémentés à température usuelle, sans pénaliser

les propriétés d'usage obtenues sur pièces telle la tenue en fatigue-flexion en pied de dent d'un pignon ou engrenage cémenté.

### REVENDICATIONS

1. Acier pour pièces mécaniques, caractérisé en ce que sa composition est, en pourcentages pondéraux :

```
-0.19\% \le C \le 0.25\%;
 5
                    -1,1\% \le Mn \le 1,5\%;
                    -0.8\% \le Si \le 1.2\%;
                    -0.01\% \le S \le 0.09\%;
                    - traces \leq P \leq 0.025\%;
                    - traces \leq Ni \leq 0,25%;
10
                    -1\% \le Cr \le 1,4\%;
                    -0.10\% \le Mo \le 0.25\%;
                    - traces \leq Cu \leq 0,30%;
                    -0.010\% \le AI \le 0.045\%;
                    -0.010\% \le Nb \le 0.045\%;
15
                    -0.0130\% \le N \le 0.0300\%;
                    - optionnellement traces ≤ Bi ≤ 0,10% et/ou traces ≤Pb ≤ 0,12%
     et/ou traces ≤ Te ≤ 0,015% et/ou traces ≤ Se ≤ 0,030% et/ou traces ≤ Ca ≤
     0,0050%;
```

le reste étant du fer et des impuretés résultant de l'élaboration, la composition chimique étant ajustée pour que les valeurs moyennes  $J_{3m}$ ,  $J_{11m}$ ,  $J_{15m}$  et  $J_{25m}$  de cinq essais Jominy soient telles que :

$$\alpha = |\ J_{11m} - J_{3m} \ x \ 14/22 - J_{25m} \ x \ 8/22 \ | \le 2,5 \ HRC$$
 ; et  $\beta = J_{3m} - J_{15m} \le 9 \ HRC$  .

25

2. Acier pour pièces mécaniques selon la revendication 1, caractérisé en ce que sa composition est ajustée pour que

$$\beta = J_{3m} - J_{15m} \le 8$$
 HRC.

3. Acier pour pièces mécaniques selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que sa composition est :

```
-0.19\% \le C \le 0.25\%;

-1.2\% \le Mn \le 1.5\%;

-0.85\% \le Si \le 1.2\%;
```

10

30

```
\begin{array}{l} -0.01\% \leq S \leq 0.09\% \; ; \\ -\text{traces} \leq P \leq 0.025\% \; ; \\ -0.08\% \leq \text{Ni} \leq 0.25\% \; ; \\ -1.1\% \leq \text{Cr} \leq 1.4\% \; ; \\ -0.10\% \leq \text{Mo} \leq 0.25\% \; ; \\ -0.06\% \leq \text{Cu} \leq 0.30\% \; ; \\ -0.010\% \leq \text{Al} \leq 0.045\% \; ; \\ -0.015\% \leq \text{Nb} \leq 0.045\% \; ; \\ -0.0130\% \leq \text{N} \leq 0.0300\% \; ; \end{array}
```

- optionnellement traces  $\leq$  Bi  $\leq$  0,07% et/ou traces  $\leq$  Pb  $\leq$  0,12% et/ou traces  $\leq$  Te  $\leq$  0,010% et/ou traces  $\leq$  Se  $\leq$  0,020% et/ou traces  $\leq$  Ca  $\leq$  0,045%, le reste étant du fer et les impuretés résultant de l'élaboration.

4. Acier pour pièces mécaniques selon la revendication 3, caractérisé en ce que sa composition est :

```
-0.20\% \le C \le 0.25\%;
-1.21\% \le Mn \le 1.45\%;
-0.85\% \le Si \le 1.10\%;
-0.01\% \le S \le 0.08\%;
-0.08\% \le Ni \le 0.20\%;
-0.08\% \le Ni \le 0.20\%;
-1.10\% \le Cr \le 1.40\%;
-0.11\% \le Mo \le 0.25\%;
-0.08\% \le Cu \le 0.30\%;
-0.010\% \le AI \le 0.035\%;
-0.025\% \le Nb \le 0.040\%;
-0.0130\% \le N \le 0.0220\%;
```

- optionnellement traces  $\leq$  Bi  $\leq$  0,07% et/ou traces  $\leq$  Pb  $\leq$  0,12% et/ou traces  $\leq$  Te  $\leq$  0,010% et/ou traces  $\leq$  Se  $\leq$  0,020% et/ou traces  $\leq$  Ca  $\leq$  0,045%, le reste étant du fer et les impuretés résultant de l'élaboration.

5. Procédé de fabrication d'une pièce mécanique en acier cémentée ou carbonitrurée, caractérisé en ce qu'on utilise à cet effet un acier selon l'une des

revendications 1 à 4 sur lequel on réalise un usinage, une cémentation ou une carbonitruration puis une trempe.

- 6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que ladite cémentation ou carbonitruration a lieu à une température de 950 à 1050°C.
  - 7. Pièce mécanique en acier, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par le procédé selon la revendication 5 ou 6.
- 8. Pièce mécanique selon la revendication 7, caractérisée en ce qu'il s'agit d'une pièce de pignonnerie.

1/1

